

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-297303

(43)Date of publication of application : 24.10.2000

(51)Int.Cl.

B22F 9/04

C09K 3/16

H01B 1/00

H01B 1/22

(21)Application number : 11-102963

(71)Applicant : MURATA MFG CO LTD

(22)Date of filing : 09.04.1999

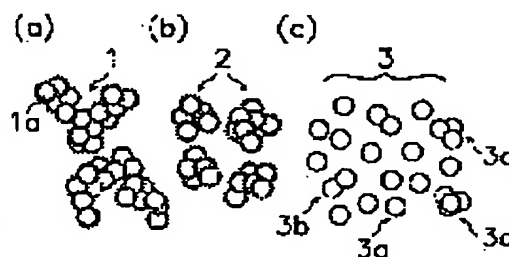
(72)Inventor : SASAKI TSUTOMU  
WATANABE SHINYA  
TOMITA TETSUYA

(54) PULVERIZING METHOD FOR ELECTRICAL CONDUCTIVE POWDER, AND ELECTRICAL CONDUCTIVE COATING USING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electrical conductive powder having excellent dispersibility and its pulverizing method and further to provide an electrical conductive powder capable of exhibiting excellent surface roughness and electric properties and high reliability in the case that it is used for electrodes of ceramic electronic parts, its pulverizing method, and an electrical conductive coating using the electrical conductive powder.

SOLUTION: The pulverizing method for an electrical conductive powder comprises preparing an electrical conductive powder composed of agglomerates 1 of metal particles that the average particle size of primary particles is regulated to  $\leq 1.0 \mu\text{m}$ , pulverizing the electrical conductive powder to primary particles 3a or agglomerates 3b close to the primary particles, and recovering the resultant pulverized electrical conductive powder. Further, the method includes a step of forcing the fine projections existing at respective surfaces of the primary particles of the pulverized electrical conductive powder or the agglomerates close to the primary particles, into respective inner parts of the particles and rounding them.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

BEST AVAILABLE COPY

**This Page Blank (uspto)**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-297303

(P2000-297303A)

(43) 公開日 平成12年10月24日 (2000. 10. 24)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テコード (参考)
B 2 2 F 9/04		B 2 2 F 9/04	C 4 K 0 1 7
C 0 9 K 3/16	1 0 1	C 0 9 K 3/16	1 0 1 C 5 G 3 0 1
H 0 1 B 1/00		H 0 1 B 1/00	F
1/22		1/22	A

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-102963

(22) 出願日 平成11年4月9日 (1999. 4. 9)

(71) 出願人 000008231

株式会社村田製作所

京都府長岡京市天神二丁目26番10号

(72) 発明者 佐々木 努

京都府長岡京市天神二丁目26番10号 株式

会社村田製作所内

(72) 発明者 渡辺 伸也

京都府長岡京市天神二丁目26番10号 株式

会社村田製作所内

(72) 発明者 富田 哲弥

京都府長岡京市天神二丁目26番10号 株式

会社村田製作所内

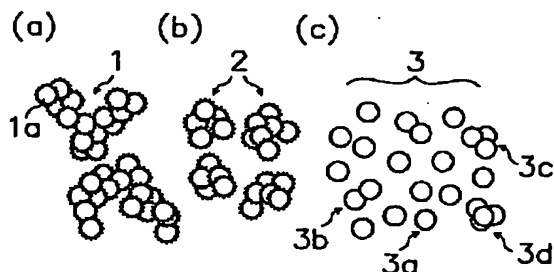
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 導電性粉末の粉砕方法およびこれを用いた導電性塗料

(57) 【要約】

【課題】 本発明の目的は、分散性に優れた導電性粉末ならびにその粉砕方法を提供し、また、セラミック電子部品の電極として用いた場合に優れた表面粗さ、優れた電気特性、高い信頼性を発揮できる導電性粉末、その粉砕方法、ならびにこの導電性粉末を用いた導電性塗料を提供することにある。

【解決手段】 本発明の導電性粉末の粉砕方法は、一次粒子の平均粒径が  $1.0 \mu\text{m}$  以下の金属粒子の凝集体からなる導電性粉末を準備する工程と、前記導電性粉末を一次粒子または一次粒子近傍の凝集体にまで粉砕する工程と、前記粉砕処理した導電性粉末を回収する工程と、を備えることを特徴とする。また、前記導電性粉末の粉砕方法は、前記粉砕した導電性粉末の一次粒子または一次粒子近傍の凝集体表面に存在する微少な突起部分を粒子内部に押し丸め込む工程を備えることを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 一次粒子の平均粒径が $1.0\mu\text{m}$ 以下の金属粒子の凝集体を含有する導電性粉末を準備する工程と、前記導電性粉末を一次粒子または一次粒子近傍の凝集体にまで粉砕する工程と、前記粉砕処理した導電性粉末を回収する工程と、を備えることを特徴とする導電性粉末の粉砕方法。

【請求項2】 前記導電性粉末の粉砕方法は、前記粉砕した導電性粉末の一次粒子または一次粒子近傍の凝集体表面に存在する微少な突起部分を粒子内部に押し丸め込む工程を備えることを特徴とする請求項1に記載の導電性粉末の粉砕方法。

【請求項3】 前記導電性粉末の粉砕方法は、導電性粉末を略球状で回収することを特徴とする請求項1または2に記載の導電性粉末の粉砕方法。

【請求項4】 請求項1ないし3の何れかに記載の粉砕方法によって得られる導電性粉末。

【請求項5】 前記導電性粉末は、Ag, Cu, Ni, Pdから選ばれる1種以上からなることを特徴とする請求項4に記載の導電性粉末。

【請求項6】 請求項4または5に記載の導電性微粉と溶剤とバインダからなることを特徴とする導電性塗料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、導電性塗料として用いられる導電性粉末の製造方法に関するもので、このような導電性塗料は極めて小さなセラミック電子部品、特に、積層セラミックコンデンサの内部電極として用いられる。

【0002】

【従来の技術】従来よりセラミック電子部品の電極として導電性塗料が用いられる。このような導電性塗料は、例えば導電性粉末、溶剤、ビヒクルから構成される。導電性粉末は、例えば粒径が十数nmないし数 $\mu\text{m}$ のAg, Cu, Ni, Pd等からなる。

【0003】このような導電性塗料は、まず、導電性粉末と溶剤とビヒクルをニーダーやミキサー等により混練し、3本ロール、メディアを利用したボールミル、サンドミル等によって導電性粉末を分散して得られる。導電性塗料は、その塗料中に導電性粉末が十分に分散して、塗布焼付けして得られる電極の表面が平滑で、かつ電極内に含まれる金属のパッキング性が高いことが要求される。導電性粉末の塗料中における分散が不十分であると、例えば積層セラミックコンデンサの内部電極として用いた場合に、静電容量の低下やバラツキ、等価直列抵抗の増加等の不具合が生じる。

【0004】導電性粉末の塗料中における分散が不十分となる原因として、導電性粉末が凝集構造をとることが挙げられ、導電性粉末が微粉であるほどその傾向は顕著

になる。そのため、粒径の細かい導電性粉末を用いて導電性塗料を作製する場合には、導電性粉末の凝集構造を粉砕した後にビヒクル中に分散させる必要がある。

【0005】また、近年における電子部品の軽薄短小化に伴い、導電性塗料の塗布厚 $2\mu\text{m}$ 前後を達成するためには、一次粒子の平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の導電性粉末を提供する必要がある。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前述の従来技術によれば、導電性粉末の一次粒子の平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以下である場合、あるいは導電性粉末の凝集が強固である場合に凝集構造を十分に粉砕できず、導電性粉末の塗料中における分散が不十分となる問題点がある。

【0007】また、ボールミルやサンドミルによって導電性粉末を粉砕処理を行うと、導電性粉末として用いる金属には延性があるため、メディアの衝突により導電性粉末が扁平して鱗片状になる。このような鱗片状の導電性粉末からなる導電性塗料をセラミック電子部品の内部電極の形成に用いた場合、鱗片状の導電性粉末の長径が内部電極の膜厚を超え、電極表面の平滑性の低下、積層された内部電極間の電気的短絡等の原因となり、セラミック電子部品の信頼性に悪影響を与える問題点がある。

【0008】また、一般に湿式還元法により合成した導電性粉末の表面は金平糖状に多数の突出部分を有する。このような突出部分を有する導電性粉末はタップ密度が低いため、導電性塗料としてセラミック電子部品の内部電極の形成に用いた場合、塗膜中における導電性粉末のパッキング性ならびに電極表面の平滑性が低下するという問題点がある。

【0009】本発明の目的は、上述の問題点を解消すべくなされたもので、分散性に優れた導電性粉末ならびにその粉砕方法を提供し、また、セラミック電子部品の電極として用いた場合に優れた表面粗さ、優れた電気特性、高い信頼性を発揮できる導電性粉末、その粉砕方法、ならびにこの導電性粉末を用いた導電性塗料を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明の導電性粉末の粉砕方法においては、一次粒子の平均粒径が $1.0\mu\text{m}$ 以下の金属粒子の凝集体を含有する導電性粉末を準備する工程と、前記導電性粉末を一次粒子または一次粒子近傍の凝集体にまで粉砕する工程と、前記粉砕処理した導電性粉末を回収する工程と、を備えることを特徴とする。また、前記導電性粉末の粉砕方法は、前記粉砕した導電性粉末の一次粒子または一次粒子近傍の凝集体表面に存在する微少な突起部分を粒子内部に押し丸め込む工程を備えることが好ましい。

【0011】また、前記導電性粉末の粉砕方法は、導電性粉末を略球状で回収することが好ましい。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明による一つの実施形態について、図1および図2に基づいて説明する。粉碎処理前の導電性粉末は、図1(a)に示すように一次粒子1aが多数結合した凝集体1を多く含む。このような粉碎前の導電性粉末を粉碎装置に投入して粉碎処理を行うと、凝集体1は複数のより小さな凝集体2へと分解され、やがて多数の一次粒子3aあるいは一次粒子近傍の凝集体3b、3c、3dへと粉碎される。

【0013】本発明の導電性粉末を構成する一次粒子3aは、図2(a)に示すように、平均粒径L1が1.0  $\mu\text{m}$ 以下の一次粒子をいう。また、本発明の導電性粉末を構成する一次粒子近傍の凝集体3b、3c、3dとは、図2(b)(c)(d)に示すように、2ないし4個の一次粒子3aからなり、かつ凝集体3b、3c、3dの長径L2、L3、L4が一次粒子3aの平均粒径L1の2倍を超えない凝集体をいう。すなわち、一次粒子近傍の凝集体3bは、2個の一次粒子3aからなり、その長径L2は一次粒子3aの平均粒径L1の2倍を超えない凝集体をいう。同様に、一次粒子近傍の凝集体3cは、3個の一次粒子3aからなり、その長径L3は一次粒子3aの平均粒径L1の2倍を超えない凝集体をいう。同様に、一次粒子近傍の凝集体3dは、4個の一次粒子3aからなり、その長径L4は一次粒子3aの平均粒径L1の2倍を超えない凝集体をいう。したがって、本発明の粉碎方法によって得られる導電性粉末の粒径は2.0  $\mu\text{m}$ 未満の範囲内である。

【0014】本発明の導電性粉末の粉碎処理に際しては、旋回気流方式のジェットミルを用いた。これを図3に基づいて説明する。ジェットミル11は、図3(a)および(b)に示すように主に粉体供給ノズル12と、装置本体13と、ガス噴出ノズル14と、からなる。装置本体13は、粉碎室15と、ケーシング16と、分級板17と、分級室18と、粗粉戻り口19と、微粉排気口20と、からなる。

【0015】粉体供給ノズル12は、粉碎前の導電性粉末を装置本体13へ供給する管で、一端部は装置本体13の外周壁に接続されている。

【0016】装置本体13は、略半球体の容器からなり、外周壁には粉体供給ノズル12の一端部、ならびに複数のガス噴出ノズル14の一端部がそれぞれ接続されている。

【0017】ガス噴出ノズル14は、装置本体13の内部に高圧ガスを供給する複数の管で、それぞれのノズルの一端部は装置本体13の外周壁に接続され、他端部は高圧ガス供給設備(図示せず)に接続されている。ガス噴出ノズル14は、このガス噴出ノズル14から供給される高圧ガスによって装置本体13内の粉碎室15および分級室18に旋回気流が発生するよう、全て旋回気流と同一旋回方向に向けて螺旋状に接続されている。

【0018】粉碎室15は、装置本体13内部に位置

し、分級板17を中心として粉体供給ノズル12およびガス噴出ノズル14によって囲まれる領域を指す。

【0019】ケーシング16は、装置本体13内部にあって粉体供給ノズル12、ガス噴出ノズル14、粉碎室15の上部に位置し、中央部に穴部を備えたドーナツ形状をなしている。ケーシング16穴部の半径は粉碎室15の半径よりも短く、粉碎室15と分級室18を仕切る仕切り板の役割を果たす。

【0020】分級板17は、装置本体13内部にあって粉碎室15の軸心上に位置し、円柱の上方部に膨らみを備えた構造をなし、分級室18と微粉排気口20を仕切る。

【0021】分級室18は、装置本体13内部にあって、ケーシング16上部に位置し、装置本体13外壁、ケーシング16、分級板17によって囲まれる領域を指す。

【0022】粗粉戻り口19は、装置本体13内部にあって、ガス噴出ノズル14が装置本体13外周壁に接続される部分に位置し、各々のガス噴出ノズル14に設けられた開口部である。

【0023】微粉排気口20は、装置本体13内部にあって分級板17の上部に位置し、筒状構造をなしており、一端部は分級室18より連なる。

【0024】次に、導電性粉末の粉碎方法について図3(a)ないし図3(c)に基づいて説明する。まず、装置本体13の外周壁に取り付けられた複数のガス噴出ノズル14から同時に高圧ガスG1が供給され、粉碎室15において一定方向の旋回気流G2が生じる。

【0025】次に、粉体供給ノズル12に投入された粉碎処理前の導電性粉末は、粉体供給ノズル12内を流れる粉体供給用ガスG3によって粉碎室15へと送り込まれ、導電性粉末は粉碎室15の旋回気流G2中に供給される。そして、この旋回気流G2が生み出す遠心力によって導電性粉末は互いに衝突し、あるいは粉碎室15の内壁に衝突して凝集構造の粉碎が行われる。

【0026】次に、十分に粉碎されて微粒化した導電性粉末は、凝集体に比べて質量が低下するために旋回気流が生み出す遠心力の影響力が低下し、徐々に粉碎室15の軸心付近に集まりながらケーシング16の上方まで上昇し、やがて粉碎室15の軸心上に設けられた分級板17によって分級室18へ流入される。

【0027】次に、分級室18に流入した導電性粉末は質量の違いにより粗粉と微粉に分別される。すなわち、粗粉は分級室18からケーシング16の外側を通過する気流G4に沿って粗粉戻り口19に達し、ガス噴出ノズル14内に流入され、ガス噴出ノズル内を流れる高圧ガスG1によって粉碎室15に戻され再び旋回気流G2中に供給される。微粉はさらに上昇する気流G5に沿って微粉排気口20に送られ、G6方向に回収される。

【0028】なお、一般に導電性粉末を旋回気流方式の

ジェットミルで粉碎を行う場合、高圧ガスの圧力、導電性粉末の投入量、粉碎回数等の条件は、投入する導電性粉末の物性、粉碎後の導電性粉末に求められる特性、すなわち求める導電性塗料の特性に応じて制御される。

【0029】例えば、本発明の粉碎処理において、ガス噴出ノズル14から供給する高圧ガスのガス圧が高いほど導電性粉末の凝集構造を粉碎する効果が大きくなる。しかしながら、一定圧を超えて過剰に高めすぎると、導電性粉末同士が再び造粒して凝集体を形成し、粒度分布および塗膜表面粗さが低下する。

【0030】また、粉末供給速度を高めると、粉碎室内部の導電性粉末濃度が高まり、導電性粉末同士の衝突確率が高くなるため、凝集構造を粉碎する効果は大きくなる。しかしながら、粉末供給速度を高めすぎると、ジェットミルの粉碎室内における粉末濃度が高くなりすぎて、十分に粉碎あるいは分級されないうちに粉末が微粉排気口から排出され、このような導電性粉末は、粒度分布やタップ密度が劣り、このような導電性粉末からなる導電性塗料を印刷して形成した塗膜の表面粗さ、作製された積層セラミックコンデンサの静電容量のバラツキも同様に劣る。

【0031】本発明の導電性粉末の処理方法において、上述の諸条件を制御することで、 $2.0\mu\text{m}$ 以下の範囲内の一次粒子または一次粒子近傍の凝集体からなる導電性粉末を得ることができる。

【0032】本発明の導電性粉末の粉碎処理によれば、導電性粉末の一次粒子3aないし一次粒子近傍の凝集体3b、3c、3dの表面に存在する突出部分が効率的に減少する。これを、図4および図5に基づいて説明する。

【0033】粉碎処理前の導電性粉末は図1に示すように多数の凝集体1からなり、この凝集体1は図4に示すように突出部分1bを有する一次粒子1aが多数凝集して構成されている。突出部分1bは主に粒子と同組成あるいはその酸化物からなるが、本発明で粉碎処理を施す導電性粉末は一次粒子1aの平均粒径が $1.0\mu\text{m}$ 以下と極小であるため、突出部分1bは粒子と同組成であり金属的な延性がある。

【0034】このような導電性粉末を本発明の粉碎方法に用いると、導電性粉末に含まれる凝集体1は図5に示すように装置本体13内部の粉碎室15内を流れる旋回流G2中に供給され、粉末同士の衝突あるいは装置本体13の内壁に衝突する磨砕的な衝撃力によって粉碎処理が行われる。同時に、衝突により導電性粉末3の表面に存在する突出部分1bは粒子内部に押し丸め込まれて、図2(a)ないし(d)に示すような略球状の一次粒子3aおよび一次粒子近傍の凝集体3b、3c、3dが得られる。

【0035】本発明の導電性塗料は、導電性粉末、溶剤、ビヒクルから構成される。導電性粉末は本発明の粉

砕方法により粉碎処理を実施した金属粉末からなる。溶剤は特に限定しないが、例えば従来から導電性塗料に用いられているカルビトールやタービネオール等を適宜使用できる。ビヒクルは特に限定しないが、例えば従来から導電性塗料に用いられているメチルセルロース、エチルセルロース、ニトロセルロース等のセルロース系樹脂、アクリル系樹脂、アルキッド樹脂、フェノール系樹脂等を適宜使用できる。

【0036】

【実施例】まず、導電性粉末として湿式還元法により合成した一次粒子の平均粒径が $0.6\mu\text{m}$ のニッケル金属粉末を準備し、これを比較例の導電性粉末とした。

【0037】次に、前述のニッケル金属粉末を、粉末供給速度は $10\text{kg/h}$ 、圧搾空気圧は $6\text{kg/cm}^2$ の条件で、旋回流方式のジェットミルを用いて粉碎処理を1、2、3、5、10回実施したものを、それぞれ実施例1ないし5の導電性粉末とした。なお、ジェットミルは粉碎室内径が $100\text{mm}$ のものを使用した。

【0038】次に、前述のニッケル金属粉末を、粉末供給速度は $10\text{kg/h}$ 、圧搾空気圧はそれぞれ $2\text{kg/cm}^2$ 、 $7\text{kg/cm}^2$ の条件で旋回流方式のジェットミルを用いて粉碎処理を2回実施したものを、それぞれ実施例6、7の導電性粉末とした。

【0039】次に、前述のニッケル金属粉末を、圧搾空気圧は $6\text{kg/cm}^2$ 、粉末供給速度はそれぞれ $3\text{kg/h}$ 、 $13\text{kg/h}$ の条件で旋回流方式のジェットミルを用いて粉碎処理を2回実施したものを、それぞれ実施例8、9の導電性粉末とした。そこで、実施例1ないし9および比較例の導電性粉末について粒度分布

( $D_{50}$ 、 $D_{90}$ )とタップ密度を測定し、これを表1にまとめた。

【0040】次に、実施例1ないし9および比較例の導電性粉末50重量部に対し、アルファタービネオール36重量部とエチルセルロース4重量部をあらかじめ混合した有機ビヒクル40重量部と、アルファタービネオール10重量部を添加し、ミキサーにて混練した後に3本ロールを用いて分散し、それぞれ実施例1ないし9および比較例の導電性塗料を得た。そこで、実施例1ないし9および比較例の導電性塗料をガラス板上に印刷して塗膜を形成し、それぞれの塗膜表面粗さを接触式表面粗さ計にて測定し、これを表1にまとめた。

【0041】次に、実施例1ないし9および比較例の導電性塗料を用いて、静電容量が $1\mu\text{F}$ となる積層セラミックコンデンサを作製した。すなわち、まずJIS-B特性の耐還元性セラミックグリーンシートを準備し、所定枚数のセラミックグリーンシート上に前記導電性ペーストを印刷して塗布厚 $2.0\mu\text{m}$ となる内部電極を形成し、内部電極を形成していないセラミックグリーンシートとともに70層積み重ねてプレス機にて圧着し、ダイサーにて $3.2\text{mm}\times 1.6\text{mm}$ のサイズにカットし

て、それぞれ実施例1ないし9および比較例のセラミック積層体を得た。次に、セラミック積層体を窒素雰囲気中で脱バインダ処理を行い、弱還元性雰囲気中で焼成してセラミック焼成体を形成し、このセラミック焼成体の長さ方向の両端部に銀を主成分とする導電性ペーストを焼付けて外部電極を形成し、それぞれ実施例1ないし9

および比較例の積層セラミックコンデンサを得た。そこで、実施例1ないし9および比較例の積層セラミックコンデンサの静電容量バラツキを測定し、これを表1にまとめた。

【0042】

【表1】

試料	粉碎条件			導電性粉末			塗布膜	積層セラミックコンデンサ
	圧搾空気圧 (kg/cm <sup>2</sup> )	粉碎回数 (回)	粉末供給速度 (kg/h)	粒度分布		タップ密度 (g/cm <sup>3</sup> )	塗膜表面粗さ (μm)	静電容量バラツキ 3CV (%)
				D <sub>50</sub> (μm)	D <sub>90</sub> (μm)			
比較例	-	-	-	45.0	83.0	3.5	3.5	11.8
実施例1	6	1	10	0.8	1.3	1.6	1.6	3.9
実施例2	6	2	10	0.8	0.9	1.4	1.4	3.5
実施例3	6	3	10	0.6	0.9	1.4	1.4	3.5
実施例4	6	5	10	0.8	1.3	1.7	1.7	4.2
実施例5	6	10	10	1.0	2.0	2.2	2.2	4.7
実施例6	2	2	10	0.8	1.2	1.7	1.7	4.3
実施例7	7	2	10	0.8	0.9	1.5	1.5	3.8
実施例8	6	2	3	1.1	2.1	1.7	1.7	3.8
実施例9	6	2	13	1.2	2.2	1.6	1.6	4.0

【0043】表1から明らかなように、実施例1ないし9は比較例と比べて、導電性粉末の粒度分布(D<sub>50</sub>, D<sub>90</sub>)およびタップ密度、導電性塗料を印刷して形成した塗膜の表面粗さ、ならびに作製した積層セラミックコンデンサの静電容量バラツキ、何れについても優れる結果となった。

【0044】また、粉碎回数を1、2、3回とした実施例1、2、3は粉碎回数が多いほど、粒度分布、タップ密度、塗膜表面粗さ、静電容量バラツキが優れる結果となった。これに対して、粉碎回数を5、10回とした実施例4、5は、粒度分布、タップ密度、塗膜表面粗さ、静電容量バラツキが、実施例1、2、3と比較して何れも劣る結果となった。したがって、本発明の導電性粉末の粉碎処理において、粉碎回数は1ないし3回が好ましい。

【0045】また、圧搾空気圧はそれぞれ6 kg/cm<sup>2</sup>、2 kg/cm<sup>2</sup>の条件で粉碎処理を実施した実施例2、6を比較すると、粒度分布、タップ密度、塗膜表面粗さ、静電容量バラツキ、何れについても圧搾空気圧を6 kg/cm<sup>2</sup>とした実施例2が優れる結果となった。しかしながら、圧搾空気圧を更に高くして7 kg/cm<sup>2</sup>の条件で粉碎処理を実施した実施例7は、実施例2と比較して粒度分布とタップ密度は略同等であり、塗膜表面粗さと静電容量バラツキについては劣る結果となった。したがって、本発明の導電性粉末の粉碎処理において、圧搾空気圧は6 kg/cm<sup>2</sup>以下であることが好ましい。

【0046】このように、圧搾空気圧の違いに基づく導電性粉末の粉碎状態の違いは、電子顕微鏡写真からも明らかである。すなわち、比較例、実施例2、6、7の導電性粉末の電子顕微鏡写真を、それぞれ図6～図9に示す。

図6(a)に示した比較例の導電性粉末は、一次粒子の表面に多数の突出部分を有している。これに対して、図7(a)に示した実施例2の導電性粉末は、粉碎処理により前述の突出部分が減少して略球状に変化していることがわかる。

【0048】また、図8(a)に示した実施例6の導電性粉末は、粉碎処理を実施しているため、図6(a)の比較例に比べて凝集構造が解砕されているが、図7(a)に示した実施例2と比較して圧搾空気圧が2 kg/cm<sup>2</sup>と低いため、一次粒子表面の突出部分があまり減少していない。

【0049】また、図9(a)に示した実施例7の導電性粉末は、図7(a)に示した実施例2よりも高い圧搾空気圧7 kg/cm<sup>2</sup>で粉碎処理を実施しているため、一次粒子表面の突出部分がさらに減少して略球状に変化している。しかしながら、一度粉碎された一次粒子が再び造粒して凝集体を形成していることがわかる。

【0050】また、図7(b)、図8(b)、図9(b)に示すように、実施例2、6、7の導電性粉末を顕微鏡にて全体的に観察したところ、一次粒子または一次粒子近傍の凝集体以外に突出部分の除去粉が存在しない。したがって、減少した突出部分は粒子の衝突によって折離除去されたのではなく粒子の内部に押し丸め込まれたことがわかる。すなわち、突出部分がNi酸化物ではなく粒子と同一組成のNi金属であるため、金属的な延性が作用して粒子の衝突により除去されることなく略球状となった。

【0051】次に、粉末供給速度を10 kg/h、3 kg/hの条件で粉碎処理を実施した実施例2、8を比較すると、粒度分布、タップ密度、塗膜表面粗さ、静電容量バラツキ、何れについても粉末供給速度を10 kg/hとした実施例2が優れる結果となった。しかしなが

ら、粉末供給速度を更に上げて13kg/hの条件で粉碎処理を実施した実施例9は、実施例2と比較して粒度分布、タツプ密度、塗膜表面粗さ、静電容量バラツキ、何れについても逆に劣る結果となった。したがって、本発明の導電性粉末の粉碎処理において、粉末供給速度は、10kg/h以下であることが好ましい。

【0052】なお、本発明の粉碎方法に用いられる導電性粉末は特に限定しないが、例えば導電性塗料に一般的に使用されるAg、Cu、Ni、Pd、またはこれら1種以上を含む合金からなる金属粉末を用いることができる。

【0053】また、導電性粉末同士の再造粒を防止する手段として、例えば飽和脂肪酸等の分散助剤やその他の再凝集抑制剤を準備し、粉碎前の導電性粉末に混合した後には粉碎処理を実施してもよい。

【0054】

【発明の効果】以上述べたように、本発明による導電性粉末の粉碎方法によれば、一次粒子の平均粒径が1.0μm以下の金属粒子の凝集体からなる導電性粉末を準備する工程と、前記導電性粉末を一次粒子または一次粒子近傍の凝集体にまで粉碎する工程と、前記粉碎処理した導電性粉末を回収する工程と、を備えることで、導電性塗料に用いた場合に優れた分散性を、またセラミック電子部品の電極として用いた場合に優れた表面粗さ、電気特性、信頼性を発揮し得る導電性粉末が得られる。

【0055】また、前記導電性粉末の粉碎方法は、前記粉碎した導電性粉末の一次粒子または一次粒子近傍の凝集体表面に存在する微少な突起部分を粒子内部に押し丸め込む工程を備え、導電性粉末を略球状で回収することで、粒度分布およびタツプ密度が向上し、導電性塗料としてセラミック電子部品の内部電極の形成に用いた場合に、塗膜中における導電性粉末のパッキング性ならびに電極表面の平滑性が安定する導電性粉末が得られる。

【0056】また、前記導電性粉末の粉碎方法は、導電性粉末を略球状で回収することを特徴とすることで、粒度分布およびタツプ密度がさらに向上する導電性粉末が得られる。

【0057】また、前記導電性粉末は、Ag、Cu、Ni、Pdから選ばれる1種以上からなることを特徴とす

ることで、セラミック電子部品の電極形成用導電性塗料に好適な導電性粉末が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る一つの実施形態の導電性粉末の粉碎過程において、(a)は粉碎処理前、(b)は粉碎処理中、(c)は粉碎処理後の導電性粉末を示した説明図である。

【図2】本発明に係る一つの実施形態の導電性粉末について(a)は、導電性粉末の一次粒子の説明図であり、(b)(c)(d)は、導電性粉末の一次粒子近傍の凝集体の形態を示した説明図である。

【図3】本発明に係る一つの実施形態の粉碎装置において、(a)は(b)のS2線に沿う断面図、(b)は(a)のS1線に沿う断面図、(c)は高圧ガスと粉体の流れを示す説明図である。

【図4】本発明の粉碎処理を実施する前の導電性粉末の一次粒子の断面図である。

【図5】本発明に係る一つの実施形態の粉碎装置の断面図であって、粉碎室内における導電性粉末の流れを示す説明図である。

【図6】比較例の導電性粉末の顕微鏡写真であり、

(a)は1次粒子1個の拡大写真であり、(b)は1次粒子近傍の凝集体を含む全体写真である。

【図7】実施例2の導電性粉末の顕微鏡写真であり、

(a)は1次粒子1個の拡大写真であり、(b)は1次粒子近傍の凝集体を含む全体写真である。

【図8】実施例6の導電性粉末の顕微鏡写真であり、

(a)は1次粒子1個の拡大写真であり、(b)は1次粒子近傍の凝集体を含む全体写真である。

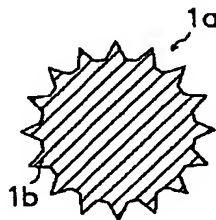
【図9】実施例7の導電性粉末の顕微鏡写真であり、

(a)は1次粒子1個の拡大写真であり、(b)は1次粒子近傍の凝集体を含む全体写真である。

【符号の説明】

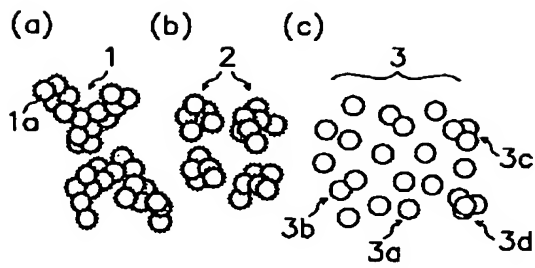
- 1 凝集体（粉碎前）
- 1a 一次粒子（粉碎前）
- 3a 一次粒子（粉碎後）
- 3b 一次粒子近傍の凝集体
- 3c 一次粒子近傍の凝集体
- 3d 一次粒子近傍の凝集体

【図4】

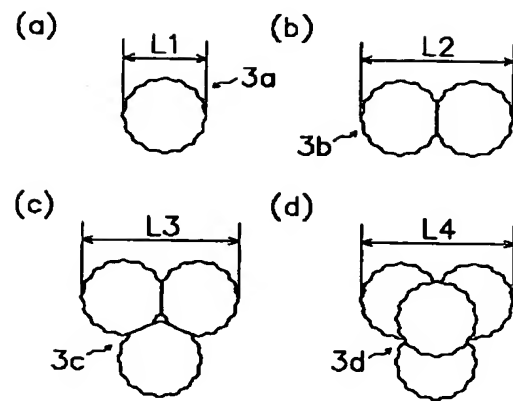




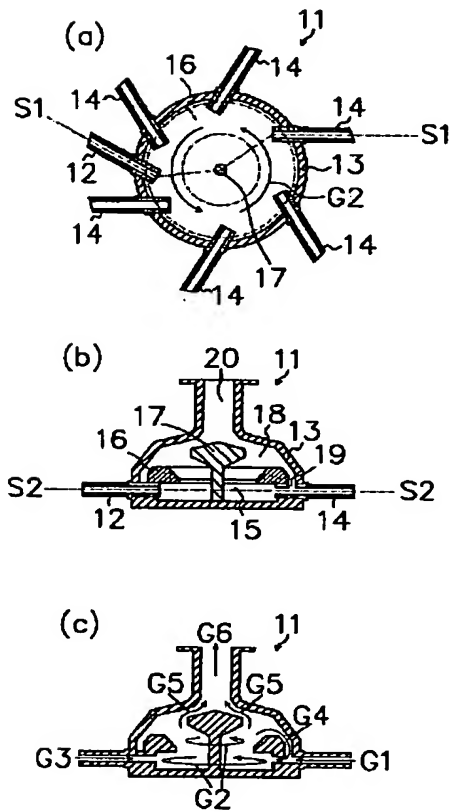
【図1】



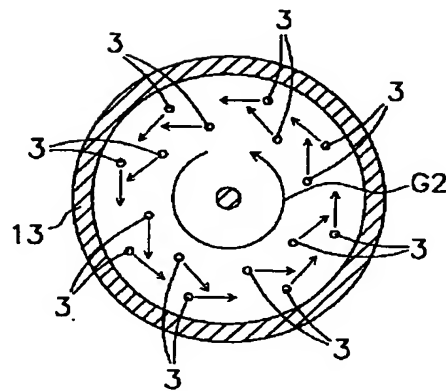
【図2】



【図3】



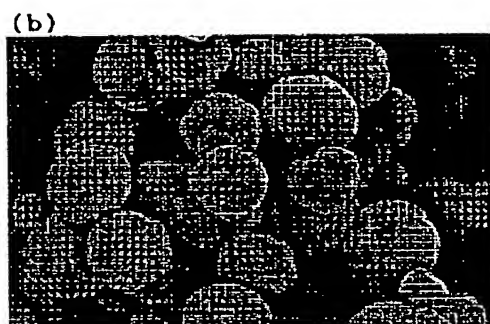
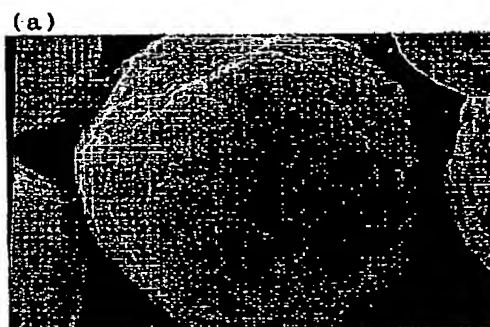
【図5】



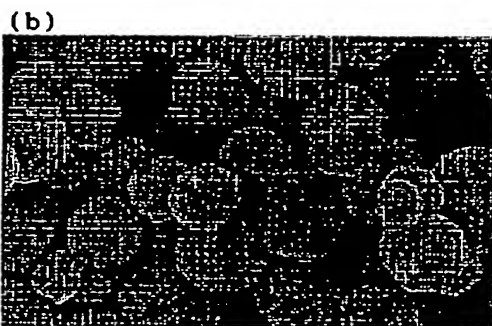
【図6】



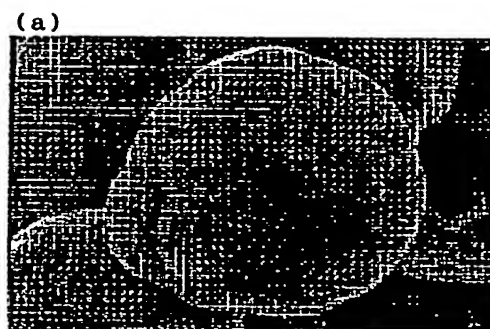
【図7】



【図8】



【図9】



---

フロントページの続き

Fターム(参考) 4K017 AA03 BA02 BA03 BA05 CA01  
DA01 EA02 EA03  
5G301 DA03 DA06 DA10 DA11 DD02  
DE01

**This Page Blank (uspto)**

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**This Page Blank (uspto)**